

PN - JP11197762 A 19990727
 TI - DIE
 AB - PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the die compatible for heat crack resistance as well as oxidation resistance and having a long life. SOLUTION: In the die, which is arranged with a steel having a main surface and a coated film formed on the main surface of the steel, a nitride layer is formed in the part neighboring to the main surface of the steel. In the nitride layer, an average value F1 of the compression residual stress down to 10 μ m depth from the main surface satisfies a formula I, $0.2 \text{ GPa} < F1 \leq 1.5 \text{ GPa}$, a composition of the coating film is shown in a formula II, $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$. In the formula, (x) is shown in $0.02 \leq (x) \leq 0.7$, or an average value F2 of the compression residual stress in the coating film satisfies a formula II, $0.5 \text{ GPa} \leq F2 \leq 8 \text{ GPa}$.
 IC - B21D37/01; B22C9/06; C23C8/26; C23C14/06; C23C14/32
 FI - B21D37/01; B22C9/06&Q; C23C14/06&A; C23C14/32&Z; C23C8/26
 FT - 4E050/JA01; 4E050/JA08; 4E050/JB06; 4E050/JB09; 4E050/JB10; 4E050/JC02; 4E050/JD04; 4E050/JD05; 4E093/NA02; 4E093/NB08; 4K028/AA02; 4K028/AB01; 4K028/AB06; 4K029/BA58; 4K029/BB02; 4K029/EA01
 PA - SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES
 IN - OHARA HISANORI
 PR - JP19980003946 19980112

6 WPI / COMMENT

PN - JP11197762 A 19990727 DW199940 B21D37/01 008pp
 TI - Metal molds - is made of steel and is covered on the surface with a nitrided membrane
 AB - JP11197762 A metal mold (A) is made of steel and is covered on the surface with a nitrided membrane (B). The mean residual stress (F1) down to a depth of 10 μ m from the surface satisfies 0.2 at most F1 at most 1.5 GPa. (B) has a composition of formula $(\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x)\text{N}$ where 0.02 at most x at most 0.7 . The average value (F2) of residual stress of (B) satisfies 0.5 at most F2 at most 8 GPa .
 - USE - Used for casting aluminium alloy.
 - ADVANTAGE - This mold has high resistance against thermal cracking and oxidation.
 - (Dwg. 0/0)
 IC - B21D37/01; B22C9/06; C23C8/26; C23C14/06; C23C14/32
 PA - (SUME) SUMITOMO ELECTRIC IND CO
 AN - 1999-472548 [40]
 PR - JP19980003946 19980112
 OPD - 1998-01-12

9PAJ / PO

PN - JP11197762 A 19990727
 PD - 1999-07-27
 AP - JP19980003946 19980112
 IN - OHARA HISANORI
 PA - SUMITOMO ELECTRIC IND LTD
 TI - DIE
 AB - PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the die compatible for heat crack resistance as well as oxidation resistance and having a long life.
 - SOLUTION: In the die, which is arranged with a steel having a main surface and a coated film formed on the main surface of the steel, a nitride layer is formed in the part neighboring to the main surface of the steel. In the nitride layer, an average value F1 of the compression residual stress down to 10 μ m depth from the main surface satisfies a formula I, $0.2 \text{ GPa} < F1 \leq 1.5 \text{ GPa}$, a composition of the coating film is shown in a formula II, $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$. In the formula, (x) is shown in $0.02 \leq (x) \leq 0.7$, or an average value F2 of the compression residual stress in the coating film satisfies a formula II, $0.5 \text{ GPa} \leq F2 \leq 8 \text{ GPa}$.
 I - B21D37/01; B22C9/06; C23C8/26; C23C14/06; C23C14/32

reference from CS P-115-A

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-197762

(43) 公開日 平成11年(1999) 7月27日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
B 2 1 D 37/01		B 2 1 D 37/01	
B 2 2 C 9/06		B 2 2 C 9/06	Q
C 2 3 C 8/26		C 2 3 C 8/26	
	14/06		A
	14/32		Z
審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願平10-3946
 (22) 出願日 平成10年(1998) 1月12日

(71) 出願人 000002130
 住友電気工業株式会社
 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番33号
 (72) 発明者 大原 久典
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友
 電気工業株式会社伊丹製作所内
 (74) 代理人 弁理士 深見 久郎 (外 2 名)

(54) 【発明の名称】 金 型

(57) 【要約】

【課題】 耐熱亀裂性と耐酸化性を両立させ、寿命の長い金型を提供する。

【解決手段】 金型は主表面を有する鋼材と銅材の主表面上に形成された被膜とを備える。鋼材の主表面近傍の部分には窒化処理層が形成される。窒化処理層において、主表面からの深さが $10\mu\text{m}$ までの部分の圧縮残留応力の平均値 F_1 は $0.2\text{GPa} \leq F_1 \leq 1.5\text{GPa}$ の関係式を満たす。被膜の組成式は $(\text{Ti}_{1-X}, \text{Al}_X)\text{N}$ で表わされる。Xは $0.02 \leq X \leq 0.7$ の関係式を満たす。被膜内での圧縮残留応力の平均値 F_2 は $0.5\text{GPa} \leq F_2 \leq 8\text{GPa}$ の関係式を満たす。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面を有する鋼材と、前記鋼材の表面上に形成された被膜とを備えた金型において、前記鋼材の表面の部分には窒化処理層が形成され、前記窒化処理層において、前記主表面からの深さが $10\mu\text{m}$ までの部分の圧縮残留応力の平均値 F_1 は、 $0.2\text{GPa} \leq F_1 \leq 1.5\text{GPa}$ の関係式を満たし、前記被膜の組成式は $(\text{Ti}_{1-X}, \text{Al}_X)\text{N}$ で表わされ、前記 X は $0.02 \leq X \leq 0.7$ の関係式を満たし、前記被膜内での圧縮残留応力の平均値 F_2 は $0.5\text{GPa} \leq F_2 \leq 8\text{GPa}$ の関係式を満たすことを特徴とする金型。

【請求項2】 前記被膜内でのアルミニウムの濃度は、前記鋼材側の前記被膜の表面から遠ざかるにつれて高くなることを特徴とする、請求項1に記載の金型。

【請求項3】 積層された複数の前記被膜を備え、前記被膜の組成は、隣り合う前記被膜の組成と異なる、請求項1に記載の金型。

【請求項4】 積層された8層以上の前記被膜を備え、前記被膜の組成は、隣り合う前記被膜の組成と異なる、請求項1に記載の金型。

【請求項5】 主表面を有する鋼材と、前記鋼材の主表面上に形成された被膜とを備えた金型において、前記鋼材の主表面近傍の部分には窒化処理層が形成され、前記窒化処理層において、前記主表面からの深さが $10\mu\text{m}$ までの部分の圧縮残留応力の平均値 F_1 は、 $0.2\text{GPa} \leq F_1 \leq 1.5\text{GPa}$ の関係式を満たし、前記被膜は、窒化チタン膜と窒化アルミニウム膜とを交互に積層したものであり、前記窒化チタン膜と前記窒化アルミニウム膜との膜数の合計は20以上であり、前記被膜内での圧縮残留応力の平均値 F_2 は $0.5\text{GPa} \leq F_2 \leq 8\text{GPa}$ の関係式を満たすことを特徴とする金型。

【請求項6】 前記鋼材と前記被膜との間には窒化チタン膜が形成されていることを特徴とする、請求項1～5のいずれか1項に記載の金型。

【請求項7】 前記窒化処理層の深さは $50\mu\text{m}$ 以上 $500\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする、請求項1～6のいずれか1項に記載の金型。

【請求項8】 前記被膜の厚さは $0.5\mu\text{m}$ 以上 $40\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする、請求項1～7のいずれか1項に記載の金型。

【請求項9】 当該金型は、鉄系部品の温間もしくは熱間鍛造用またはアルミニウム合金の鍛造用に用いられることを特徴とする、請求項1～8のいずれか1項に記載の金型。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、金型に関し、特に、鉄系部品の温間もしくは熱間鍛造用、またはアルミニウム合金の鍛造用に用いられる金型に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、自動車部品や機械部品などの鉄系部品を温間または熱間で鍛造する際や、アルミニウム合金の部品を鍛造する際には金型が用いられている。なお、この明細書中で「金型」とは、これを材料に押付け成形するために、その表面が、鍛造品の寸法、形状に合うような形状をした強固の金属体（ダイ）、および成形品または溶湯を受取る空間（キャビティ）を囲む部品から組立られたものの両方の意味で用いる。

【0003】金型が使用されれば、その表面は、一般に温度 500°C 程度の高温となるため、金型の表面が酸化して損傷する場合がある。また、高温と室温とのサイクルを繰り返すため、熱応力による疲労亀裂が発生する場合もある。これらの損傷や亀裂により金型表面が荒れ、この現象はヒートチェックと呼ばれる。この現象は金型が使用されるほど、すなわち、金型による加工数が増大するほど進行し、成形品の寸法精度を低下させる。寸法精度が一定値以下になると、金型が寿命に達したとされる。

【0004】このような金型表面の損傷や亀裂を発生させないために、現在、金型を窒化処理（タフトライド処理、ガス窒化処理、イオン窒化処理、浸炭窒化処理）することが幅広く行なわれている。

【0005】この窒化処理は、JIS呼称SKH、SKDまたはこれらの相当材である鋼からなる金型母材の表面に、窒素を主成分とする元素を拡散浸透させる処理である。この処理を施すことにより、金型表面の硬度を増大させ、金型表面に圧縮応力を付与し、ヒートチェックに対する金型の耐久性を向上させている。

【0006】しかしながら、この窒化処理では、金型表面の耐酸化性を向上させることができず、金型表面の酸化による損傷が生じやすかった。つまり、金型表面が酸化され、酸化鉄が発生する。この酸化鉄が金型から剥離し、さらに金型が酸化されるという現象が起きている。

【0007】一方、窒化処理以外では、金型表面にセラミックスの被膜を形成する方法がよく用いられている。この方法は、化学蒸着法（CVD法）または物理蒸着法（PVD法）により、金型表面に炭化チタン、窒化チタンまたは炭窒化チタンなどのセラミック膜を形成するものである。

【0008】また、TRD法またはTD法と呼ばれる熱反応・析出法により鋼の表面に炭化バナジウムを形成する方法も用いられている。

【0009】しかしながら、これらの炭化チタン、窒化チタン、炭窒化チタンおよび炭化バナジウムなどのセラ

ミックスの被膜を形成した場合、被膜自身の耐酸化性が温度500~600℃付近で失われるため、金型表面の耐酸化性を向上させることが困難であった。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】この問題を解決するために、窒化処理などの表面硬化処理と、蒸着法などの被膜形成処理とを組合せた方法が提案されている。たとえば特開昭61-231158号公報では、窒化処理層と、その上に1層以上の炭化チタンなどの密着型処理層を設けた工具が開示されている。また、特開昭62-103368号公報では、金属基材の表面に窒化物層を形成し、その表面をセラミックコーティング膜で被覆したものが開示されている。

【0011】また、特開平2-125861号公報では、イオン窒化処理とイオンプレーティングを同一の真空槽内で連続して行なった後、金属の窒化物、炭化物、炭窒化物、炭窒酸化物、酸化物の膜を1層あるいは多層に形成する方法が開示されている。

【0012】また、特開平4-103755号公報では、鉄系金属母材の表面に窒化層、炭化層および炭窒化層を有し、その窒化層などの上にTi、Zrなどの少なくとも1種とアルミニウムからなる炭化物、窒化物および炭窒化物からなる被膜が設けられた鋼製品が開示されている。

【0013】特開平5-98422号公報では、高周波直流電源を用いてプラズマを発生させ、窒素イオンを被処理物に衝突させて硬化層を作り、その硬化層をセラミックスで被覆する方法が開示されている。また、特開平8-35075号公報では、金属部材をアンモニアガスと水素ガスの雰囲気中でイオン窒化し、この窒化層の上にPVD法により硬質被膜を形成する方法が開示されている。また、特開平8-296064号公報では、金属部材をアンモニアガスと水素ガスの雰囲気中で窒化し、この層上にPVD法により硬質被膜(TiAlN)を形成する方法が開示されている。

【0014】しかしながら、これらの方法では、被膜の耐酸化性は向上するものの、500~600℃の高温と室温程度の低温の熱サイクルに供した場合に、金型表面に亀裂が発生し、耐熱亀裂性が低いという問題があった。すなわち、従来の技術では、金型の耐熱亀裂性と耐酸化性とを同時に満足させることが困難であった。

【0015】そこで、この発明は、上述のような問題点を解決するためになされたものであり、耐熱亀裂性と耐酸化性の双方が優れた金型を提供することを目的とするものである。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、金型の耐熱亀裂性と耐酸化性について種々の検討を行なった結果、以下の結論を得た。

【0017】まず、耐熱亀裂性を向上させるためには、

窒化処理層や被膜の圧縮残留応力を最適化すればよい。

【0018】また、耐酸化性を向上させるためには、窒化チタンをベースとし、アルミニウムを添加したセラミックスの被膜、または窒化チタン膜と窒化アルミニウム膜とを合計で20層以上積層した被膜を金型の表面に形成すればよい。

【0019】以上の知見に基づき、本発明の1つの局面に従った金型は、表面を有する鋼材と、鋼材の表面上に形成された被膜とを備える。鋼材の表面の部分には、窒化処理層が形成される。窒化処理層において、主表面からの深さが10μmまでの部分の圧縮残留応力の平均値 F_1 は、 $0.2\text{GPa} \leq F_1 \leq 1.5\text{GPa}$ の関係式を満たす。被膜の組成式は $(\text{Ti}_{1-X}, \text{Al}_X)\text{N}$ で表わされる。Xは $0.02 \leq X \leq 0.7$ の関係式を満たす。被膜内での圧縮残留応力の平均値 F_2 は、 $0.5\text{GPa} \leq F_2 \leq 8\text{GPa}$ の関係式を満たす。

【0020】このような金型においては、窒化処理層内での圧縮残留応力 F_1 と被膜内での圧縮残留応力 F_2 が最適化されているため、熱亀裂が発生しにくくなり、耐熱亀裂性が向上する。また、被膜内にアルミニウムが存在するため、耐酸化性が向上する。

【0021】ここで、 $0.2\text{GPa} \leq F_1 \leq 1.5\text{GPa}$ 、 $0.5\text{GPa} \leq F_2 \leq 8\text{GPa}$ 、 $0.02 \leq X \leq 0.7$ としたのは、以下の理由による。

【0022】 $0.2\text{GPa} \leq F_1$ および $0.5\text{GPa} \leq F_2$ としたのは、 $0.2\text{GPa} > F_1$ または $0.5\text{GPa} > F_2$ となれば、圧縮残留応力が小さすぎて、熱亀裂の発生を抑制できないからである。 $F_1 \leq 1.5\text{GPa}$ および $F_2 \leq 8\text{GPa}$ としたのは、 $F_1 > 1.5\text{GPa}$ または $F_2 > 8\text{GPa}$ であれば、窒化処理層や被膜の持つ圧縮強度の上限値を超え、窒化処理層や被膜自体が圧壊してしまうからである。

【0023】 $0.02 \leq X$ としたのは、 $0.02 > X$ であれば、アルミニウムの添加量が小さすぎ、耐酸化性向上の効果が得られないからである。 $X \leq 0.7$ としたのは、 $X > 0.7$ となれば、被膜の機械的特性、特に硬度が著しく低下するため好ましくないからである。

【0024】また、被膜内でのアルミニウムの濃度は、鋼材側の被膜の表面から遠ざかるにつれて高くなることが好ましい。この場合、被膜のうち、鋼材から一番遠い部分、すなわち、大気と接触する部分において、アルミニウムの濃度が一番高くなる。そのため、被膜表面にアルミナからなる耐酸化性被膜が形成されるので、耐酸化性が一層向上する。

【0025】また、金型は、積層された複数の被膜を備え、被膜の組成は隣合う被膜の組成と異なることが好ましい。この場合、1つの層が摩耗しても次の層が露出することにより、耐酸化性が持続する。また、積層された8層以上の被膜を備え、被膜の組成は隣り合う被膜の組成と異なることがさらに好ましい。

【0026】また、この発明の別の局面に従った金型は、主表面を有する鋼材と、鋼材の主表面上に形成された被膜とを備える。鋼材の主表面近傍の部分には窒化処理層が形成される。窒化処理層において、主表面からの深さが $10\mu\text{m}$ までの部分の圧縮残留応力の平均値 F_1 は $0.2\text{GPa} \leq F_1 \leq 1.5\text{GPa}$ の関係式を満たす。被膜は、窒化チタン膜と窒化アルミニウム膜とを交互に積層したものである。窒化チタン膜と窒化アルミニウム膜との膜数の合計は20以上である。被膜内での圧縮残留応力の平均値 F_2 は $0.5\text{GPa} \leq F_2 \leq 8\text{GPa}$ の関係式を満たす。

【0027】このように構成された金型においては、窒化処理層と被膜での圧縮残留応力が最適化されているため、熱亀裂が発生しにくく、耐熱亀裂性が向上する。さらに、被膜には窒化アルミニウム膜が含まれているため、被膜の耐酸化性が向上する。 F_1 および F_2 の範囲を限定したのは、上記と同様の理由である。

【0028】また、鋼材と被膜の間には窒化チタン膜が形成されていることが好ましい。この場合、窒化処理層と被膜との密着性を窒化チタン膜が向上させることにより、金型の寿命を向上させる。

【0029】また、窒化処理層の深さは $50\mu\text{m}$ 以上 $500\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。窒化処理層の深さを $50\mu\text{m}$ 以上としたのは、 $50\mu\text{m}$ 未満であれば、窒化処理による効果が得られないからである。また、窒化処理層の深さを $500\mu\text{m}$ 以下としたのは、 $500\mu\text{m}$ を超えると著しく長時間の窒化処理が必要となり、製造コストが大幅に上昇するからである。

【0030】また、被膜の厚さは $0.5\mu\text{m}$ 以上 $40\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。被膜の厚さを $0.5\mu\text{m}$ 以上としたのは、 $0.5\mu\text{m}$ 未満であれば、被膜が薄すぎて、被膜による耐酸化性向上などの効果が得られないからである。被膜の厚さを $40\mu\text{m}$ 以下としたのは、 $40\mu\text{m}$ を超えると、使用時の衝撃によって被膜が破壊しやすくなるため好ましくない。

【0031】また、金型は、鉄系部品の温間もしくは熱間鍛造用またはアルミニウム合金の鍛造用に用いられることが好ましい。

【0032】

【実施例】(実施例1) JIS呼称SKT61の鋼からなり、直径が 40mm で高さが 30mm の円筒形状のブロックを準備した。このブロックに焼入および焼戻による熱処理を施して、ブロックの表面のロックウェルCスケール硬度を52とした。このブロックの側面(曲面)を研磨して、この面の十点平均粗さ R_z を 0.5mm 以下とした。このブロックの研磨面に手法(1)または(2)の処理をして窒化層を形成した。次に、手法(7)の処理をしてTiN膜を形成した。次に、手法(3)～(6)のいずれかの処理をして被膜を形成し30個のサンプルを作製した。

【0033】手法(1) タフトライド処理

ブロックを温度 550°C の塩浴中に30分から20時間保持し、ブロックの表面からの深さが $25\sim 440\mu\text{m}$ の窒化処理層としての窒化層を得た。ブロックの表面からの深さが $10\mu\text{m}$ の部分の窒化層を研磨して除去し、十点平均粗さ R_z を 0.5mm とした。また、タフトライド処理の温度を変えることにより、窒化層の表面の残留応力を変化させたものも製造した。

【0034】手法(2) イオン窒化処理

ブロックを以下の条件の処理槽内に保った。

【0035】温度： 500°C

窒素ガスの体積流量： 60%

水素ガスの体積流量： 40%

処理槽内の圧力： 2Torr

ブロックに印加した直流電圧： -100V

ブロックに印加した高周波電力(13.56MHz):
 1000W

保持時間： $15\text{分}\sim 2\text{時間}$

これにより、ブロックの表面からの深さが $15\sim 100\mu\text{m}$ の窒化層を得た。この窒化層の表面には有害な化合物層は生成しなかったが、プラズマ処理によって窒化層の表面が荒れていたため、この表面を軽くラッピングし、表面の十点平均粗さ十点平均粗さ R_z を 0.5mm とした。また、温度をさまざまに変えて、窒化層の表面の残留応力を変化させた。

【0036】手法(3) (Ti_{1-x}, Al_x)N被膜形成

ブロックを以下の条件の真空槽内に保持した。

【0037】蒸発源のアーカ電流： 100A

ブロックの温度： 450°C

ブロックの周囲のガス：窒素

真空槽内の圧力： 30mTorr

ブロックに印加した直流電圧： -200V

保持時間： 30分

蒸発源の組成： $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)$

これにより、アーキイオンプレーティング法で(Ti_{1-x}, Al_x)Nからなる被膜をブロックの表面に形成した。同様に、保持時間を変えて、さまざまな厚みの被膜を形成した。また、蒸発源の金属組成を変えることにより、Xを $0.01\sim 0.75$ まで変化させた被膜を形成した。さらに、ブロックの温度を変えることにより、被膜中の残留応力を変化させたものを形成した。

【0038】手法(4) TiN/AlN被膜形成

純チタン(不可避不純物を $0.5\text{重量}\%$ 以下含む)からなる蒸発源と、純アルミニウム(不可避不純物を $0.5\text{重量}\%$ 以下含む)からなる蒸発源とを用意した。これらの2つの蒸発源を真空槽の内壁に互いに対向するように配置した。2つの蒸発源の中心に回転テーブルを設け、このテーブルにブロックを取付けた。アーキイオンプレーティング法に従い、ブロックを以下の条件の真空槽内

に保った。

【0039】蒸発源のアーカ電流：100A

ブロックの温度：450℃

ブロックの周囲のガス：窒素

真空槽内の圧力：30mTorr

ブロックに印加した直流電圧：-200V

テーブルの回転数：1rpm

保持時間：20分

これにより、TiN層とAlN層とを交互に積層し、TiN層とAlN層がそれぞれ10層ずつ存在する被膜を形成した。なお、TiN層の1層の厚さとAlN層の1層の厚さは等しかった。

【0040】また、テーブルの回転数を0.4rpmとし、TiN層とAlNの層の数がそれぞれ8層としたものを作成した。また、ブロックの温度を変えることにより、被膜中の残留応力を変化させたものも形成した。

【0041】手法(5) $(Ti_{1-x}, Al_x)N / (Ti_{1-y}, Al_y)N$ 被膜形成

組成が (Ti_{1-x}, Al_x) で表わされる蒸発源と、組成が (Ti_{1-y}, Al_y) で表わされる蒸発源とを準備した。この2つの蒸発源を手法4で用いた真空槽の内壁に対向させて設置した。テーブルの回転数を0.3rpmとした。その他の条件は手法4と同様とした。これにより、 $(Ti_{1-x}, Al_x)N$ 層と $(Ti_{1-y}, Al_y)N$ 層が交互にそれぞれ10層積層された被膜を形成した。また、比較のため、テーブルの回転数を0.2rpmとし、それぞれの層の数が5である被膜を形成した。また、ブロックの温度を変化させることにより、被膜内の残留応力を変化させたものを形成した。

【0042】手法(6) $(Ti_{1-x}, Al_x)N$ 傾斜組成被膜形成

アルミニウムの割合がX原子%のチタン-アルミニウム合金からなる蒸発源と、アルミニウムの割合がZ原子%のチタン-アルミニウム合金からなる蒸発源とを用意し

格子定数の変化=(ヤング率とポアソン比で決まる定数) \times 応力 $\times \sin^2 \psi$

【0048】そこで、X線回折時に ψ を変化させながら格子定数を計測し、 $\sin^2 \psi$ を横軸に、格子定数を縦軸にしてグラフを書くと、測定した点は直線上にのる。この直線の傾きは材料固有のヤング率およびポアソン比で決まる定数と、応力との積であるから、傾きより応力の値が計算できる。

【0049】また、すべてのサンプルの表面を温度60

℃(X<Z)。この2つの蒸発源を300mmの間隔をあけて配置し、ブロックを以下の条件の真空槽内に保った。

【0043】蒸発源のアーカ電流：100A

ブロックの温度：450℃

ブロックの周囲のガス：窒素

真空槽内の圧力：30mTorr

ブロックに印加した直流電圧：-200V

保持時間：60分

ブロックを2つの蒸発源の間をゆっくりと平行移動させた。これにより、ブロックに近い部分から遠ざかるに従って、組成が $(Ti_{1-x}, Al_x)N$ から $(Ti_{1-z}, Al_z)N$ へ傾斜するような被膜を形成した。また、ブロックの温度を変化させることにより、被膜の残留応力を変化させたものを形成した。

【0044】手法(7) TiN被膜形成

純チタンで作製された蒸発源を用いて手法3と同じ条件で厚みが2 μ mのTiN被膜をブロックの表面に形成した。

【0045】それぞれのサンプルの窒化層および被膜の残留応力を $\sin^2 \psi$ 法によるX線回折法を用いて調べた。ここで、 $\sin^2 \psi$ 法について説明する。

【0046】 $\sin^2 \psi$ 法における ψ という角度は、X線回折における ψ 、すなわち、材料表面の法線を基準にした方位を意味しており、 $\psi=0^\circ$ であれば、材料表面に対する法線の向きを、 $\psi=90^\circ$ であれば、材料の表面に平行な向きを指す。材料表面に平行な向き($\psi=90^\circ$)の圧縮応力は、同じ向きに材料を最も大きく縮ませ、垂直な方向($\psi=0^\circ$)に材料を最も大きく膨らませる。このときの材料の膨張・収縮の程度を格子定数の変化に置換えると、格子定数の変化(歪み)と ψ とは以下のように関係づけられる。

【0047】

【数1】

格子定数の変化=(ヤング率とポアソン比で決まる定数) \times 応力 $\times \sin^2 \psi$

0℃の大気中に60秒保った後、温度25℃の水の中に入れて60秒保ち、これを1回の熱サイクルとした。この熱サイクルを100回繰返した後、被膜または窒化層の表面の損傷を光学顕微鏡にて観察した。これらの結果を表1および表2に示す。

【0050】

【表1】

サンプル No.	窒化処理			TiN膜
	窒化層の 形成手法	窒化層の深さ (μm)	窒化層の 残留応力 (GPa)	TiN膜の 形成手法
1	手法(1)	250	1.3	手法(7)
2	"	55	0.7	"
3	"	250	1.2	—
4	"	250	1.4	—
5	"	250	1.2	手法(7)
6	"	250	1	"
7	手法(2)	100	0.8	"
8	手法(1)	440	1.45	"
9	"	440	1.42	"
10	手法(2)	100	0.75	—
11	"	45	0.22	—
12	"	100	0.9	手法(7)
13	"	100	0.85	"
14	手法(1)	25	0.21	"
15	手法(2)	100	0.87	"
16	"	35	0.23	"
17	"	100	0.3	"
18	"	100	0.25	"
19	"	100	0.8	—
20	—	0	0.2	手法(7)
21	—	0	0.4	—
22	—	0	0.3	手法(7)
23	—	0	0.4	"
24	—	0	0.2	"
25	手法(2)	75	0.15	—
26	"	100	0.14	手法(7)
27	"	85	0.12	—
28	"	120	0.18	手法(7)
29	"	80	1.6	"
30	"	125	1.8	"

【0051】

【表2】

サ ム プ ル No	被 膜			全 体 厚 み (μ m)	熱 サイクル 数	備 考
	被膜の 形成手法	被膜の組成	被膜の 残留応 力 (GPa)			
1	手法(3)	(Ti0.97, Al0.03)N	2.5	3.4	4800	本 発 明 品
2	"	(Ti0.3, Al0.7)N	7.8	0.52	5200	
3	"	(Ti0.6, Al0.4)N	5.1	6.5	3900	
4	"	(Ti0.4, Al0.6)N	3.4	25.9	4200	
5	手法(4)	TiN/AINを10回積層	4.4	5.3	5500	
6	"	TiN/AINを25回積層	4.8	6.5	6200	
7	"	TiN/AINを500回積層	6.7	4.7	7500	
8	手法(5)	(Ti0.7, Al0.3)N/(Ti0.3, Al0.7)Nを5回積層	2.1	6.2	4800	
9	"	(Ti0.7, Al0.3)N/(Ti0.3, Al0.7)Nを10回積層	2.3	6.6	5300	
10	"	(Ti0.7, Al0.3)N/(Ti0.3, Al0.7)Nを80回積層	3.1	6.5	5900	
11	手法(3)	(Ti0.3, Al0.7)N	2.4	2.9	2900	
12	"	(Ti0.3, Al0.7)N	7.6	0.4	2300	
13	"	(Ti0.3, Al0.7)N	1.1	41	2000	
14	"	(Ti0.3, Al0.7)N	6.3	0.55	1500	
15	手法(6)	(Ti0.97, Al0.03)Nから (Ti0.3, Al0.7)Nへ傾斜	3.9	4.8	4100	
16	"	(Ti0.97, Al0.03)Nから (Ti0.3, Al0.7)Nへ傾斜	3.7	4.9	2300	
17	手法(4)	TiN/AINを8回積層	1.6	5.4	400	比 較 品
18	手法(5)	TiN	2.9	5.4	300	
19	—	なし	—	—	200	
20	—	TiN	3	5.4	300	
21	手法(3)	(Ti0.6, Al0.4)N	1.3	6.7	200	
22	手法(5)	(Ti0.7, Al0.3)N/(Ti0.1, Al0.9)Nを10回積層	2.3	4.8	200	
23	手法(6)	(Ti0.97, Al0.03)Nから (Ti0.3, Al0.7)Nへ傾斜	2.5	6.7	200	
24	手法(4)	TiN/AINを500回積層	1.1	4.6	200	
25	手法(3)	(Ti0.3, Al0.7)N	0.3	2.8	200	
26	"	(Ti0.3, Al0.7)N	0.4	3.4	200	
27	"	(Ti0.3, Al0.7)N	8.3	2.9	100	
28	"	(Ti0.3, Al0.7)N	8.2	3.5	100	
29	"	(Ti0.3, Al0.7)N	2.3	3.3	100	
30	"	(Ti0.3, Al0.7)N	2.1	3.7	100	

【0052】表1中「窒化層の形成手法」の欄において「—」としたのは窒化層を形成しなかったことを示す。また、「窒化層の残留応力」とは、鋼材の表面からの深さが10 μ mまでの部分の圧縮残留応力の平均値である。また、この欄において、サンプル20～24については、窒化処理をしなかったため、鋼材の表面からの深さが10 μ mまでの部分の圧縮残留応力の平均値を記載した。また、「TiN膜の形成手法」の欄において、「—」としたのは、TiN膜を形成しなかったことを示す。

【0053】表2中、「被膜の組成」の欄で、「X/YをZ回積層」としたのは、まず、Xを形成し、その上にXと同じ厚さのYを積層し、これをZ回繰返したことを意味する。そのため、Xについての膜の数はZであり、Yについての膜の数もZであり、膜数の合計は2Zである。また、「AからBへ傾斜」とは鋼材に近い部分での組成がAであり、鋼材から離れるにつれて組成がBに近づくことを示す。また、「被膜の残留応力」とは、被膜

内での圧縮残留応力の平均値を示す。この欄において、サンプル18および20については、TiN膜の圧縮残留応力の平均値を記載した。さらに、この欄において、サンプル19については、被膜を形成しなかったので、「-」とした。「全体厚み」とは、銅材の表面から被膜の上面（被加工物と接する面）までの厚さをいう。

【0054】表1および2から明らかなように、本発明品では、熱亀裂の発生が大幅に抑制され、熱サイクル数が多いことがわかる。

【0055】（実施例2）実施例1で製造した本発明品であるサンプルNo. 4、6、10、15と、比較品であるサンプルNo. 21、22、25および28を、温間鍛造用の金型パンチ（母材はJIS呼称SKH51の鋼材からなり、そのロックウェルCスケール硬度53）に処理し、実際に温間鍛造時の金型寿命の評価を行なった。鍛造時には、金型の表面は、温度700℃まで加熱されていた。被加工材の寸法精度が規定の範囲を超えた時点を経験した金型の寿命とした。寿命の評価結果を表3に示す。

【0056】

【表3】

サンプルNo.	金型寿命
4	14000 ショット
6	15000 ショット
10	14000 ショット
15	12000 ショット
21	2300 ショット
22	1800 ショット
25	1400 ショット
28	1300 ショット

【0057】本発明品では、金型の寿命が大きく向上していることが確かめられた。

【0058】（実施例3）実施例1で製造した本発明品であるサンプルNo. 4、6、10および15と、比較品であるサンプルNo. 21、22、25および28

を、Al 鍛造用の鋳抜きピン（母材はJIS呼称SKD61の鋼材からなりそのロックウェルCスケール硬度51）に処理し、Al合金の鍛造時の鋳抜きピンの寿命評価を行なった。鍛造方法は重力鍛造とし、鍛造時には、鋳抜きピンの表面は、温度670℃まで加熱されていた。被加工材の寸法精度が規定の範囲を超えた時点で金型の寿命とした。寿命評価結果を表4に示す。

【0059】

【表4】

サンプルNo.	鋳抜きピン寿命
4	27000 ショット
6	32000 ショット
10	28000 ショット
15	26000 ショット
21	4100 ショット
22	3600 ショット
25	2700 ショット
28	2400 ショット

【0060】本発明品では、鋳抜きピンの寿命が大きく向上していることが確かめられた。

【0061】以上、この発明の実施例について説明したが、本発明はさまざまに変形が可能である。たとえば、残留圧縮応力や膜厚などは本発明の思想内で適宜変更することができる。

【0062】今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって制限的なものでないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

【0063】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、耐酸化性と耐熱亀裂性に優れ、寿命の長い金型を得ることができる。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.